

Helsinki 23.2.2004

REC'D 08 MAR 2004

WIPO

PCT

ETUOIKEUSTODISTUS  
PRIORITY DOCUMENT



Hakija  
Applicant

Melocoton Oy  
Mikkeli

Patenttihakemus nro  
Patent application no

20022204

Tekemispäivä  
Filing date

16.12.2002

Kansainvälinen luokka  
International class

D06M

Keksinnön nimitys  
Title of invention

"Villan biotekninen viimeistysmenetelmä"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista ja tiivistelmästä.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims and abstract originally filed with the Finnish Patent Office



*Marketta Tehikoski*

Marketta Tehikoski  
Apulaistarkastaja

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

Maksu 50 €  
Fee 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A  
P.O.Box 1160  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Puhelin: 09 6939 500  
Telephone: + 358 9 6939 500

Telefax: 09 6939 5328  
Telefax: + 358 9 6939 5328

## Villan biotekninen viimeistelymenetelmä

Esillä oleva keksintö koskee patenttivaatimuksen 1 johdannon mukaista menetelmää villatekstiilin viimeistelemiseksi ja patenttivaatimuksen 17 johdannon mukaista villatekstiiliä.

Villaneulosten ja -kankaiden ja näistä valmistettujen vaatteiden lämmöneristys- ja kosteudenimemisominaisuudet ovat huomattavasti paremmat kuin tekokuiduista tai muista luonnonkuiduista valmistettujen tuotteiden. Ongelmana näissä tuotteissa on kuitenkin villakuidun suomuinen rakenne. Vesipesussa ja villan joutuessa alttiiksi mekaaniselle rasitukselle suomujen tyvisuuntainen liike aikaansaa villakuidun vanumisen ja lyhenemisen ja sen seurauksena villatuotteen kutistumisen ja lisäksi villatuote tuntuu suomujen takia karhealta. Villan kutistumista on pyritty estämään erilaisilla käsittelyillä, joita on kuvattu esimerkiksi US-patentissa No. 5,980,579: (1) villakuidun suomurakennetta on pyritty muuttamaan siten, että suomujen tyvisuuntainen liike vähenee tai poistuu, (2) on pyritty lisäämään molekyyliden välisiä sidoksia, niin että kuitujen elastisuus vähenee, (3) on pyritty peittämään kuidut ohuella kalvolla, joka peittää pinnan, niin että suomujen tyvisuuntainen liike vähenee ja (4) on pyritty sementoimaan kuidut polymeerillä, joka jäykistää rakenteen niin, ettei dimensionaalisia muutoksia voi tapahtua.

Kutistumisen estämiseksi villan käsittelyssä on käytetty klooriyhdisteitä, kuten kaasumaista klooria, natriumhypokloriittia, dikloroisosyanaurihappoa tai kaliumpermanganaattia yhdessä hypokloriitin kanssa korkeassa pH:ssa tai natriumsulfaattia tai permonorikihappoa alhaisessa pH:ssa. Käytettäessä polymeeriä on ensimmäisessä vaiheessa käytetty heksametyleenidiamiinia ja toisessa vaiheessa sebakoyylikloridia. Yleisimmin käytetty villan käsittelymenetelmä on IWS/CSIRO Chlorine Hercosett- menetelmä, jossa happokloorausta seuraa käsittely polymeerillä.

Toisissa viimeistysmenetelmissä on ehdotettu villan käsittelyä entsymaattisilla menetelmillä esimerkiksi proteaasilla (US 6,258,129) yhdessä plasmakäsittelyn kanssa, oksidaasi- tai peroksidaasiliuoksella (WO 98/27264), tai käyttämällä peroksidaasia, kataalaasia tai lipaasia (US 5,529,928) tai proteolyyttistä entsyymiä yhdessä transglutaminaasin kanssa (WO 99/60200) tai proteolyyttistä entsyymiä ja haloperoksidaasia yhdessä vetyperoksidilähteen ja halidilähteen kanssa (WO 99/60199). On ehdotettu myös keratiinipitoisen

materiaalin käsittelyä alkalia sisältävällä alkoholiliuoksella ja proteaasia sisältävällä vesiliuoksella (WO 00/50686). Nykyisin käytössä olevissa entsyymaattisissa viimeistysmenetelmissä villakuidun lujuudesta menetetään kuitenkin noin 50 %. Jos suomujen kärjet täytetään kemiallisesti, esimerkiksi erilaisilla hartseilla, vaikutus lakkaa jo ensimmäisen pesun jälkeen, jolloin tuotteesta tulee karhea ja nyppyinen. Lisäksi nykyisin käytössä olevilla tekniikoilla viimeistellyt villatuotteet kutistuvat vesipesussa noin 10 – 15 %, kun tavoite olisi alle 3 %.

Koska villatuotteet eivät kestä vesipesua, villatuotteiden valmistajien pitää suositella tuotteille kemiallista pesua, mikä puolestaan tekee villatuotteen käytön kalliimmaksi ja hankalammaksi kuluttajille. Kaikista näistä syistä villatuotteita ei käytetä kovin paljon, vaikka villatuotteiden hyvät ominaisuudet ovatkin yleisesti tiedossa.

Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on esittää joitain ratkaisuja, joiden avulla villatekstiilien viimeistelyä voitaisiin parantaa siten, että villatekstiilien hyvät ominaisuudet säilyisivät. Tarkoituksena on esittää erityisesti sellaisia ratkaisuja, joiden avulla villatekstiili saadaan kestävämpään käyttöä ja vesipesuja kutistumatta, vanumatta ja nyppyyntymättä ja joiden avulla villatekstiilin hyvät ominaisuudet, kuten lämpimyyden ja siisti ulkonäkö, sekä lujuusominaisuudet saadaan säilymään. Lisäksi tarkoituksena on esittää ratkaisuja, joiden avulla villatekstiilin tuntu saadaan pehmenemään.

Esillä olevassa keksinnössä on yllättäen havaittu, että mikään yksittäinen tekijä, kuten käytetty entsyymi tai käytetty kemikaali, ei vaikuta siihen, että villatuotteita voitaisiin tyydyttävästi viimeistellä. Sen sijaan koko villan viimeistelyprosessi on rakennettava siten, että villaa sisältävä kuitu ei joudu epäsuorassa vaiheessa alttiiksi liian korkeille lämpötiloille tai mekaaniselle rasitukselle. Erityisen herkkä villakuitu tai villakuitua sisältävä tekstiili on märkäprosessin aikana.

Keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaisesti villatekstiileitä käsitellään menetelmällä, jossa villatekstiili saatetaan kosketuksiin vesiliuoksessa proteaasientsyymien kanssa väljässä vedessä siten, että villatekstiiliä liikutetaan mahdollisimman vähän tai ei lainkaan. Lämpötilan tulee olla noin 60 °C tai tämän alle. Käsittelyaika voi olla noin 10 – 90 min. Tämän jälkeen entsyymi inaktivoidaan menetelmällä, jossa lämpötilaa ei nosteta yli 60 °C:een. Proteaasikäsittelyn jälkeen villatekstiili saatetaan kuivumaan mekaanisella

kuivauksella siten, että villatekstiilin jäännöskosteudeksi jää noin 10 - 45 %. Villatekstiilin loppukuivaus tehdään edullisesti ilman mekaniikkaa, esimerkiksi riippu- tai tasokuivauksena.

- 5 Tasmällisemmin sanottuna keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasiallisesti tunnusomaista se, mikä oli esitetty patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa. Keksin-  
nön mukaiselle villatekstiilille on pääasiallisesti tunnusomaista se, mikä oli esitetty patenttivaatimuksen 17 tunnusmerkkiosassa.
- 10 Käsiteltäessä villakuituja esillä olevan keksinnön mukaisesti olennainen osa villakuidun suomujen kärkien reunoista saadaan poistettua entsymaattisesti. Tämä aiheuttaa jonkin verran painohäviötä käsittelyn aikana, mutta kokonaisuudessaan käsittely ei aiheuta olennaista villatekstiilien lujuusominaisuuksien heikkenemistä, mitä tapahtuu ennestään tunnetuissa entsymaattisissa viimeistysmenetelmissä, koska niissä kuiduista irtoaa kontrolloimattomasti sekä haluttuja että ei-haluttuja osia raskaan entsyymi- ja mekaanisen käsittelyn takia. Myös mekaaninen kuivausvaihe, kuten esimerkiksi rumpukuivausvaihe aiheuttaa normaalisti lujuuden vähenemistä, mutta tässä menetelmässä mekaanisen kuivauksen vaihe pidetään niin lyhyenä, että lujuuden vähenemistä ei olennaisesti tapahdu. Mekaanista kuivausta jatketaan vain tiettyyn jäännöskosteuteen, minkä jälkeen loppukuivaus tehdään  
15 edullisesti ilman mekaniikkaa, esimerkiksi taso- tai riippukuivauksena.
- 20

- Aiemmin tunnetuissa menetelmissä on pyritty ehkäisemään villan kutistumista erilaisilla kemiallisilla ja entsymaattisilla menetelmillä, mutta millään aikaisemmillä menetelmillä ei ole saatu valmistettua villatekstiiliä, joka kestäisi peräkkäisiä vesipesuja kutistumatta ja  
25 nyppyyntymättä. Tunnetun tekniikan mukaiset ratkaisut on lisäksi toteutettu yleensä vain laboratoriomittakaavassa, kun esillä oleva keksintö on toteutettu teollisuusmittakaavassa.

- Esillä olevassa keksinnössä käsiteltyjen villatekstiilien on havaittu kutistuvan vesipesussa 3 % tai vähemmän alkuperäisestä. Lisäksi tekstiilien on havaittu säilyttävän ominaisuutensa vähintään viiden tai jopa 20 peräkkäisen pesun ajan.  
30

Esillä olevan keksinnön mukainen viimeistely voidaan tehdä värjätyille tai värjäämättömille villatekstiileille. Keksin-  
nön erään edullisen suoritusmuodon mukaisesti villatekstiilille tehdään ensin entsyymikäsittely ja sitten värjäyskäsittely. On todettu, että tällä

tavoin saadaan erittäin hyvä värjäystulos. Värien on todettu olevan kirkkaammat ja syvemmät, kun värjäys on tehty entsyymikäsittelyn jälkeen.

- Villatekstiileitä valmistetaan pääasiassa kampalankamenetelmällä tai karstalankamenetelmällä. Kampalankamenetelmässä käytetään pitkäkuituista villaa, josta valmistetaan kevyitä tai keskiraskaita kankaita ja neuloksia. Esimerkkejä kampalankatuotteista ovat puku- ja housukankaat ja kevyet neulokset. Villatekstiilin värjäys voidaan tehdä topsina, lankana, kankaana tai valmiina tuotteena.
- 10 Karstalankamenetelmässä käytetään lyhytkuituista villaa, josta valmistetaan painavia kankaita ja neuloksia. Esimerkkejä karstalankamenetelmällä valmistetuista tuotteista ovat verhoilukankaat, paksut villaneuleet, huovat, flanellit ja tweedit. Värjäys näille villatekstiileille tehdään kuituna, lankana, kankaana tai valmiina tuotteena.
- 15 "Villatekstiilin viimeistelyllä" tarkoitetaan toimenpiteitä, joiden avulla villatekstiilin karhea tuntu saadaan poistettua ja villan pinta näyttämään nyppyyntymättömältä. Villatekstiilit voidaan viimeistellä joko märkä- tai kuivaviimeistyksellä. Lankavärjättyissä kankaissa voi riittää pelkkä höyrytys, mutta yleensä villatekstiilit pestään ja raamitetaan (märkäfikseeraus) kudonnan jälkeen. Tässä yhteydessä villatekstiilin viimeistyksellä tarkoitetaan
- 20 märkäviimeistystä, jossa osana voi olla myös värjäyskäsittely.

- Termillä "villatekstiili" tarkoitetaan tämän keksinnön yhteydessä villakuitua tai villakuitua sisältävää topsia, lankaa, neulosta tai kangasta, joka sisältää vähintään 30 %, edullisesti vähintään 50 %, edullisimmin vähintään 70 % villakuitua. Villakuidulla tarkoitetaan 100
- 25 % villaa sisältävää kuitua. Villatopsi tai villalanka puolestaan voi olla puhdasta villaa tai villakuitu on voitu punoa tai sekoittaa yhteen jonkin tekokuidun, kuten polyakryylin tai polyesterin, kanssa. Villakuitua on voitu punoa tai sekoittaa yhteen myös jonkin muun proteiinitipitoisen kuidun, kuten silkin kanssa tai jonkin muun luonnonkuidun, kuten puuvillan tai sen johdannaisten, kuten viskoosin kanssa. Topsilla tarkoitetaan kuitukimppua,
- 30 josta kehrätään lanka. Langoista neulotaan neulosta tai kudotaan kangasta ja niistä ommellaan valmiit tekstiilituotteet.

Tekokuituja lisätään villakuitujen sekaan neuloksissa ja kankaissa tavallisesti sen takia, että tekokuidut ovat yleensä edullisempia, jolloin villaneuloksen tai -kankaan hinta tulee

edullisemmaksi. Toinen syy on se, että tekokuitu saa villaa sisältävän tuotteen kuivumaan nopeammin, millä on merkitystä varsinkin valmistettaessa urheiluvaatteita. Tekokuituja lisätään villaneuloksiin ja -kankaisiin myös siksi, että ne antavat neulokselle tai kankaalle lisää lujuutta.

5

Esillä olevan keksinnön menetelmässä vaikutetaan nimenomaan villakuidun ominaisuuksiin. Jos villakuitua on vähemmän kuin 30 %, muiden kuitujen ominaisuudet tulevat silloin hallitseviksi. Esimerkiksi polyakryyli ja polyesteri nyppyyntyvät varsin herkästi, eikä tähän ominaisuuteen voida vaikuttaa tällä villan käsittelymenetelmällä. Mitä suurempi osuus villatekstiilistä on villaa, sitä enemmän keksinnön mukaisella menetelmällä pystytään vaikuttamaan villatekstiilin ominaisuuksiin. Edullisin esillä oleva menetelmä on siten yli 70%, edullisesti yli 80 %, edullisemmin yli 90% ja kaikkein edullisin 100 % villaa sisältävän villatekstiilin käsittelyssä.

Entsyymikäsittely aiheuttaa villatekstiileissä painohäviötä ja jos käsittely on liian voimakas, tekstiilin lujuuden heikkenemistä. Toisaalta tekstiilin painohäviöstä nähdään, että entsyymi on vaikuttanut. Tässä keksinnössä käsitellyistä materiaaleista mitattiin käsittelyssä tapahtunut ja käsittelyjen jälkeisissä vesipesuissa (5 x villapesuohjelma) tapahtunut painohäviö. Se suoritettiin punnitsemalla alkuperäiset käsiteltävät materiaalikappaleet ennen käsittelyä ja sekä käsittelyn että sen jälkeisen yhdistetyn mekaanisen vaiheen ja loppukuivausvaiheen jälkeen. Vesipesuissa tapahtunut painohäviö määritettiin punnitsemalla materiaalit vastaavasti ennen pesuja ja pesujen jälkeen ja sen jälkeen laskettiin painohäviö prosentteina. Havaittiin, että proteaasikäsittelyissä painohäviö oli välillä 9...13 %. Käsittelyjen jälkeisissä pesuissa painohäviötä tapahtui vielä 9...20 % lisää.

25

Painohäviömittausten perusteella todettiin, että edullisimmat olosuhteet olivat 0,025 ml/g...0,05 ml/g annostukset. Näissä olosuhteissa proteaasikäsittelyssä tapahtunut painohäviö oli 9...9,5 % sekä proteaasikäsittelyissä että käsittelyn jälkeisissä pesuissa. Suuremmilla annostuksilla 0,1...0,2 ml/g painohäviö käsittelyissä oli 12...13 % tasolla ja käsittelyn jälkeisissä vesipesuissa painohäviötä tapahtui vielä 10...20 % lisää.

30

Villan vesipesulla tarkoitetaan tämän keksinnön yhteydessä normaalilla villapesuohjelmalla tehtyä pesua (normi EN 60456) lämpötilassa 40 °C, ohjelman keston ollessa 45 – 70 min. Pesuaineena käytetään villapesuainetta, huuhteluainetta voidaan käyttää.

Kuten edellä kuvattiin liian voimakas entsyymikäsittely voi heikentää villatekstiilien lujuutta ja liian voimakas mekaniikka yhdistettynä korkeisiin lämpötiloihin voi aiheuttaa vanumista ja mittamuutoksia. Tärkeä vaikutus havaittiin olevan edelleen sillä, missä

5 lämpötilassa mekaaninen kuivaus tehtiin ja minkälaisiin jäännöskosteuksiin mekaanista kuivausta jatkettiin. Jos kuivausta jatkettiin liian pitkälle, seurauksena oli villatekstiilin lujuuden heikkeneminen, jos taas kuivaus lopetettiin liian aikaisin, seurauksena oli villatekstiilin vanuminen eli huopautuminen käytössä ja pesuissa.

10 Villatekstiilien lujuuden heikentymistä seurattiin tekemällä villatekstiilien lujuusmittauksia. Kudottujen kankaiden lujuusmittaukset määritettiin vetokojemenetelmällä standardin SFS 3981 (SIS 251231) mukaan. Neuleiden lujuusominaisuudet määritettiin mittaamalla neulosten hankauksen kesto Martindale-menetelmällä SFS 4328 (BS 5690:1979) mukaan.

15

Lujuusmittausten tulosten perusteella 0,1 ml/g tai sitä suuremmilla annostuksilla käsitellyn villamateriaalin lujuusmenetys oli yli 50 % käsittelemättömään vastaavaan villamateriaaliin verrattuna. Proteaasivalmistajan ohje annostukseksi on minimissään 0,125 ml/g. Kokeiden annostuksilla 0,1 ml/g lujuuden menetys oli edullisimmillakin jäännöskosteus-

20 tasoilla 53 %. Annostuksilla 0,2 ml/g lujuuden menetys oli edullisimmilla jäännöskosteustasoilla 56...60 %. Annostuksella 0,05 ml/g jäännöskosteuden ollessa 15...30 % lujuuden menetys oli 20 %. Annostuksella 0,025 ml/g jäännöskosteuden ollessa 10...30 %, lujuuden menetys oli 14 %. Lujuuden menetys tasolle 14 % ei ole todettu vielä vaikuttavan käytännössä heikentävästi tekstiiliin. Tämän koesarjan parhaat tulokset saatiin annostuksella

25 0,025 ml/g, kun jäännöskosteudeksi jätettiin 10...30 %. Luonnollisesti myös annostuksilla 0 ml/g eli referenssinäytteillä lujuuden menetykset olivat vähäiset, mutta toisaalta referensseillä eivät myöskään mitatut käyttöominaisuudet (ulkonäkö ja tuntu ja nyppyyntyminen) parantuneet.

30 Lujuusmittaukset tehtiin myös vesipesujen jälkeen. Edullisimmilla annostus- ja jäännöskosteustasoilla lujuus heikkeni vesipesuissa 10...14 %.

Hankauslujuus määritettiin Martindale-menetelmällä standardin SFS 4328 (BS 5690:1979) mukaan. Hankauslujuus mittaa villatekstiilin kulumisominaisuutta. Hankauksenkestotulos

kertoo tekstiilin puhkikulumiseen tarvittavan kierroslukumäärän, kun tutkittavaa villatekstiiliä on hangattu hankauspintaa vasten. Hankauksen kesto arvioidaan tekstiilin kulutuspinnan rikkoutumiseen tarvittavana kierrosmääränä.

- 5 "Nyppyyntyminen" tarkoittaa villatekstiilin pinnalle muodostuvia pieniä kuitukimppuja eli nyppyjä. Nyppyyntymistaipumus määritettiin hankaamalla näytteitä Martindale-menetelmällä 125, 500 ja 2000 kierrosta, minkä jälkeen hangatut näytteet arvosteltiin standardin SFS 3378 mukaisen vertailuasteikon avulla koepalojen ulkonäön perusteella. Asteikolla 0...5 arvo 5 tarkoittaa pienintä nyppyyntymistä. Termillä "ei olennaisesti nyppyyntynyt"
- 10 tarkoitetaan, että suurin osa tekstiilin pinnasta on vapaata nypyistä eli nyppyyntymisarvo on välillä 3...5.

- Tämän keksinnön yhteydessä havaittiin, että nyppyyntymistaipumus vähenee suoraan annostuksen lisäämisen suhteessa. Annostuksilla 0,1 ml/g ja sitä suuremmilla annostuksilla
- 15 nyppyyntymisarvot olivat edullisimmissa jäännöskosteuksissa kaikilla hankauskierroksilla (125, 500 ja 2000) välillä 4,0...4,7. Edullisimmissa olosuhteissa sekä annostusten että jäännöskosteuksien kannalta nyppyyntymisarvot olivat annostuksilla 0,025 ml/g välillä 3,5...4,2 ja annostuksilla 0,05 ml/g välillä 3,5...4,5. Edullisimpien viimeistysolosuhteiden nyppyyntymisarvot vastaavat villamateriaaleista valmistettujen tuotteiden ostajien yleistä
- 20 laatuvaatimustasoa, joka on 3...4.

- Villatekstiilille edullisimmissa proteaasikäsittelyn olosuhteissa (proteaasiannostus 0,0125 ml/g ja mekaanisen kuivausvaiheen jäännöskosteus 10...30 %) käsitellyt villatekstiilit menettivät käsittelyissä lujuudestaan maksimissaan 14 % ja kutistuivat pesuissa loimen
- 25 suuntaan maksimissaan 0,7 % ja kuteen suuntaan maksimissaan 0,8 %. Näiden näytteiden nyppyyntymisarvot olivat välillä 3,5...4,2 %, tuntu oli pehmennyt käsittelyissä eniten ja lisäksi pehmennyt tuntu oli säilynyt hyvin pesuissa.

- Termillä "vanuminen" tai "huopautuminen" tarkoitetaan villatekstiilien kutistumisen
- 30 aikaansaamaa ulkonäkövaikutusta.

Termillä "kutistuminen" tarkoitetaan, että villatekstiilissä on tapahtunut koon pienenemistä eli mittamuutosta. Tämä ilmoitetaan % alkuperäisestä koosta. Se ilmoitetaan erikseen kuteen ja loimen suuntaan sekä kankailla että neuloksilla. Villatekstiilin viimeistelyn aikana



tapahtuu kutistumista, jolla ei kuitenkaan ole merkitystä kuluttajalle. Olennaista on se kutistuminen, joka tapahtuu viimeistyksen jälkeen. Jos viimeistyksen jälkeen tapahtuva kutistuminen on alle 3 %, se on hyväksyttävissä. Tätä suurempi kutistuminen vaikuttaa tekstiilin ulkonäköön ja tekstiili näyttää huopautuneelta. Tässä keksinnössä on seurattu viimeistyksen aikana tapahtuvaa kutistumista, joka vaihteli yleensä noin 3%:sta 5 %:iin. Viimeistyksen jälkeen tapahtuva kutistuminen mitattiin 5 pesukerran jälkeen. Kutistuminen oli tässä keksinnössä alle 3 % viimeistyksen jälkeen ja vaihteli yleensä 0% ja 2%:n välillä. Termillä ”ei olennaisesti huopautunut” tarkoitetaan, ettei tekstiili ole olennaisesti kutistunut eli että kutistuminen on alle 3 %.

Mittamuutokset määritettiin standardin SFS 5157 (ISO 5077-1984) mukaan. Mittamuutosmäärittämisä varten materiaalipaloihin oli merkitty 50 cm x 50 cm alue, jonka avulla mitattiin kuteen ja loimen suuntaiset mittamuutokset, jotka olivat tapahtuneet viimeistyksissä sekä niiden jälkeisissä vesipesuissa.

Viimeistyksen aikana tapahtunut mittamuutos (1. mittamuutos) mitattiin ja ilmoitettiin % alkuperäisestä käsittelemättömästä materiaalista. 5 vesipesussa tapahtunut mittamuutos (2. mittamuutos) määritettiin ja ilmoitettiin % pesemättömästä viimeistellystä materiaalista. Viimeistyksen aikana tapahtunut villamateriaalin kutistuminen (1. mittamuutos) loimen suuntaan oli välillä 1,8 ...4,5 % ja kuteen suuntaan välillä 0...5 %. Edullisimmissa olosuhteissa se oli loimen suuntaan 2,8...4 % ja kuteen suuntaan 0,5...2,5 %. Viiden vesipesun jälkeen viimeistelyjen materiaalien mittamuutos vaihteli koesarjassa loimen suuntaan välillä 0...1,9 % ja kuteen suuntaan 0...4,9 %. Edullisimmissa olosuhteissa viimeistelyjen näytteiden mittamuutos vesipesujen jälkeen oli loimen suuntaan 0...1 %, kuteen suuntaan 0,2...0,8 %. Alkuperäisen materiaalin mittamuutos viiden vesipesun jälkeen oli kuteen suuntaan 4,5 % ja loimen suuntaan 5,0 %.

Ulkonäkö- ja tuntuarvostelut suoritettiin paneelimitauksin. Paneeli koostui viidestä arvostelijasta, joiden antamista tuloksista laskettu keskiarvo ilmoitettiin tulokseksi.

Materiaalien ulkonäkö ja tuntu arvosteltiin asteikolla 5, 4, 3, 2 tai 1 miinusta, 0 tai 1, 2, 3, 4 tai 5 viisi plussaa. Tuntuarvostelussa arvosteltiin materiaalien pehmeyttä. Ulkonäköarvostelussa arvosteltiin visuaalisesti materiaalin pinnan siisteyttä ja tasaisuutta, silmukoiden avautumista ja silmukoiden ja silmukavakojen kaatumista ja vinoutumista. Arvoja

annettaessa vertailukohtana käytettiin alkuperäistä viimeistelemätöntä villakangasta tai neulosta.

5 Tuntu- ja ulkonäköarvosteluiden mukaan kaikki käsitellyt näytteet olivat tunnultaan alkuperäisiä käsittelemättömiä näytteitä pehmeämpiä. Referenssit olivat käsitellyistä näytteistä vähiten pehmenneitä. Näytteet, joissa mekaanisen kuivausvaiheen jäännöskosteus oli 15 – 30 % olivat tunnultaan pehmeimpiä.

10 Esillä olevan keksinnön mukaisella menetelmällä voidaan käsitellä villakuitua, topsia, lankaa, neulosta, kangasta tai neuloksesta tai kankaasta valmistettua valmista tuotetta. Prosessi voidaan toteuttaa yhtä hyvin kappale- kuin metritavaralle. Edellä mainittuja villakuitua sisältäviä materiaaleja kutsutaan tässä villatekstiileiksi.

15 Keksinnön mukaisessa villatekstiilin viimeistysmenetelmässä villatekstiili saatetaan kosketuksiin vesiliuoksessa proteaasientsyymien kanssa väljässä vedessä siten, että villatekstiiliä liikutetaan mahdollisimman vähän tai ei lainkaan noin 60 °C:ssa tai tätä alemmassa lämpötilassa. Laitteiden ja menetelmien virheiden huomioonottamiseksi noin 60 °C:n lämpötilalla tarkoitetaan tässä myös 1...3 °C korkeampia tai alempia lämpötiloja. Käsittelyaika voi olla 10 – 90 min. Kankaille käsittelyaika on edullisesti se on 15 - 60 min, 20 edullisemmin 15- 30 min. Neuleille käsittelyaika on edullisesti 15 – 60 min, edullisemmin 15- 45 min.

Proteaasientsyymi on edullisesti alkaalinen proteaasi, edullisimmin seriiniproteaasi. Tarkoitukseen sopivat eri valmistajien proteaasit, mieluiten kuitenkin sellaiset, joita valmistajat 25 suosittelevat villan käsittelyyn. Tällaisia proteaaseja ovat esimerkiksi Genencorin Multiplus L tai Gentle L, Novon Novolan L tai Novon Savinase.

Tässä keksinnössä todettiin, että proteaasikäsittely on edullista tehdä neutraaleissa tai alkaalisissa olosuhteissa. pH säädetään edullisesti välille 6 – 11. Vielä edullisempaa on 30 säätää pH välille 7 – 11, erityisesti välille 7 - 9 tai jopa 9 - 11. Kannattaa ottaa tietenkin huomioon, mitä pH:ta valmistaja suosittelee käytettäville proteaaseille. Esimerkiksi Genencorin Protex Multiplus L-entsyymivalmistetta valmistaja suosittelee käytettäväksi pH:ssa 7 - 9,5, Protex Gentle L pH:ssa 6,5 - 10, Novon Novolan L noin pH:ssa 8,5, Novon

Savinase pH:ssa 8 – 8,5. Tämän keksinnön yhteydessä havaittiin, että villatekstiilien ulkonäkö ja tuntu jopa paranivat, kun pH nostettiin pH 11:een, lämpötilan ollessa 50 °C.

Tässä keksinnössä havaittiin, että villa kestää alkaaleissa tai neutraaleissa olosuhteissa noin 60 °C:een lämpötilaa. Toisaalta vielä edullisempaa on, jos lämpötila on alle 60 °C, edullisesti 40 - 60 °C, edullisimmin noin 50 °C (noin 50°C :een lämpötilalla tarkoitetaan tässä myös 1..3 °C alempia tai korkeampia lämpötiloja). Toisaalta proteaasikäsittelyssä on otettava huomioon myös käytettävän entsyymin lämpötilaoptimi. Keksinnössä havaittiin, että 50 °C:ssa Protex Multiplus L - entsyymin aktiivisuus oli pH:ssa 11 yhtä hyvä kuin pH:ssa 9, mutta 60 °C:ssa aktiivisuus oli alempi vastaavissa happamuuksissa.

Kuten edellä on todettu, keksinnön yhteydessä havaittiin, että entsyymin valmistajien suosittelemat proteaasin käyttömäärät vaikuttivat villatekstiilien hankauslujuutta heikentävästi. Haluttu vaikutus saatiin aikaan suositeltuja annoksia pienemmillä määrillä. Käytettäessä esimerkiksi Genencorin Protex Multiplus L-proteaasituotetta, jota annosteluohjeen mukaan pitää annostella 0,125 – 1ml/g kuivaa villatekstiiliä, hyviä tuloksia saatiin jo annoksella 0,0125 ml/g ja lujuuden todettiin huononevan annoksilla yli 0,1 ml/g. On näin ollen edullista käyttää entsyymimääriä suositeltujen entsyymimäärien alarajalta. 0,1 ml/g vastaa proteiiniksi laskettuna 3,5 mg/g. Keksinnön edullisen suoritusmuodon mukaisesti entsyymivalmisteita on edullista annostella proteiiniksi laskettuna noin 0,4 - 4,4 mg/ g kuivaa villatekstiiliä.

Yhteenvetona voidaan todeta, että neuloksille on edullista annostella alle 8 mg/g kuivaa tekstiiliä, vielä edullisemmin annostelu on alle 4,4 mg / g, edullisimmin alle 3,5 mg/g kuivaa tekstiiliä. Kudotuille kankaille, jotka ovat tiheitä tekstiilirakenteita, voidaan käyttää suurempia annostuksia ja enemmän mekaniikkaa kuin neuloksille, jotka ovat rakenteeltaan löysempiä. Kudotuille kankaille on edullista annostella alle 35 mg/g kuivaa tekstiiliä, vielä edullisemmin annostelu on alle 17,5 mg/ g, edullisimmin alle 8 mg/g kuivaa tekstiiliä.

Villatekstiilien lujuutta heikentävästi vaikuttivat paitsi entsyymiannostus myös mekaniikan lisääminen ja entsyymikäsittelyajan pidentäminen.

Keksinnön yhteydessä todettiin, että on edullista tehdä entsyymikäsittely käyttäen mahdollisimman vähän mekaniikkaa. Kuten esimerkeissä kuvataan keksinnön merkäkäsitelyissä

käytettiin avorumpukoneessa kolmea eri mekaniikkatasoa 0, 1 ja 2. Mekaniikka 0 vastasi kierrosnopeutta 4,0 rpm, mekaniikka 1 vastasi 6,0 rpm ja mekaniikka 2 vastasi 10,0 rpm. Lujuuatta heikensivät vähiten kierrosnopeudet välillä 4 - 6 rpm. Käytettäessä muita koneita on edullista valita kierrosnopeudet vastaavalta alueelta.

5

Esillä olevan keksinnön mukaisessa menetelmässä villaa sisältävä kuitu saatetaan kosketuksiin vesiliuoksessa proteaasientsyymien kanssa väljässä vedessä. Väljällä vedellä tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että käsiteltävän neuloksen tai kankaan painon suhde veden painoon on vähintään 1/10, edullisesti liemisuhde on välillä 1/20 - 1/40,

10 edullisimmin liemisuhde on noin 1/30.

15

Entsyymikäsittelyn jälkeen entsyymi on edullista inaktivoida nostamatta lämpötilaa yli 60 °C:n. Laitteiden ja menetelmien virheiden huomioonottamiseksi noin 60 °C:n lämpötilalla tarkoitetaan tässä myös 1 .. 3 °C korkeampia tai alempia lämpötiloja. Entsyymiä ei ole edullista inaktivoida lämpötilalla. Suositeltavia tapoja ovat esimerkiksi inaktivointi kemiallisesti, esimerkiksi laskemalla pH riittävän alas, esimerkiksi happamuuteen pH 4 - 5, lämpötilan ollessa 40-60 °C.

20

Entsyymien inaktivoinnin jälkeen ennen mekaanista käsittelyvaihetta villatekstiilistä kannattaa poistaa kosteutta siten, että villatekstiilin kosteus on noin 50 - 70 %. Tämä voidaan tehdä linkoamalla. Tämän jälkeen villatekstiili saatetaan kuivumaan mekaanisella kuivausmenetelmällä, kuten rumpu- tai tunnelikuivauksella. Kuivuminen tapahtuu luonnollisesti nopeammin korkeassa lämpötilassa, mutta mekaanisen vaiheen lämpötila ei saa tässä menetelmässä nousta yli noin 60 °C:een, edullisesti ei yli noin 50 °C:een. On edullista, että villatekstiiliä käsitellään mekaanisessa vaiheessa tiettyyn loppukosteuteen, joka on 10 - 45 %, edullisesti 10 - 30 %. Tämän keksinnön esimerkeissä käytetyillä laitteilla tämä merkitsee, että rumpu- tai tunnelikuivausajat olivat lyhyitä, alle 10 min, edullisesti 5-10 min, edullisimmin noin 6 min (+/- 1 min). Tässä keksinnössä on havaittu, että villatekstiili on edullista saattaa kuivumaan sellaisella menetelmällä, jossa se saa sopivan määrän mekaanista vaikutusta, muuten villatekstiili vanuttuu tai huopautuu myöhemmin. Jos villatekstiiliä kuivaa liian pitkään mekaanisesti, lujuus heikkenee.

30

Jäännöskosteuspitoisuus on siten maksimissaan 35-40 % minimissään 5-10 %, edullisimmin 10-20 %.

Tuotteen loppukuivauksen on edullista antaa tapahtua ilman mekaniikkaa esimerkiksi riippu- tai tasokuivauksena. Edullisinta tämä on tehdä huoneenlämmössä, millä tarkoitetaan noin 18 – 30 °C:een lämpötilaa, tavallisimmin 20 – 25 °C:een lämpötilaa.

- 5 Entsyymikäsittely voidaan tehdä värjätyille villatekstiileille tai värjäyskäsittely voidaan tehdä entsyymikäsittelyn jälkeen. Tässä keksinnössä on todettu, että erittäin hyvä värjäystulos saadaan juuri jälkimmäisellä tavalla. Värjäys voidaan suorittaa alan ammattimiehen hyvin tuntemilla menetelmillä. Lämpötila värjäyksen yhteydessä nousee 90 – 95 °C:een, mutta pH:n ollessa 4 – 5 välillä villa kestää värjäyksen hyvin. Keksinnön yhteydessä
- 10 todettiin, että entsyymikäsittely ja värjäyskäsittely on edullista tehdä samassa märkäprosessissa ilman käsittelyjen välissä tehtävää kuivausvaihetta. Ennen värjäysvaihetta entsyymin vaikutus lopetetaan tai loppuu, koska entsyymi ei toimi värjäysolosuhteissa. Värjäyksen aikana on edullista käyttää mekaniikkaa jonkin verran enemmän kuin proteaasikäsittelyn aikana, muuten tulos on epätasainen. Tässä keksinnössä käytetyillä laitteilla
- 15 mekaniikka oli edullista säätää värjäyksen aikana 6 – 10 rpm:ään.

Proteaasikäsittelyn edullisimmat olosuhteet ovat samanlaiset samalle materiaalille riippumatta siitä, onko materiaali lankavärjätty tai värjätäänkö materiaali proteaasikäsittelyn kanssa samassa märkäprosessissa.

20

- Olennaista keksinnön mukaisessa menetelmässä on se, että villakuitu ei joudu lämpötilaan, joka olisi yli noin 60 °C missään muussa vaiheessa kuin värjäyksen aikana. Toinen tärkeä tekijä esillä olevassa keksinnössä on se, että villakuitua ei saateta missään vaiheessa, eikä varsinkaan märkäprosessin aikana, alttiiksi liialliselle mekaaniselle rasitukselle. Tärkeää on
- 25 myös, että mekaanisen käsittelyn jälkeen villatekstiiliin jätetään sopiva jäännöskosteus ennen loppukuivausta, joka tehdään edullisesti ilman mekaniikkaa. Myöskään entsyymimäärien ei pidä olla niin suuria, että villatekstiili olennaisesti heikkenisi. Esillä olevan keksinnön mukainen menetelmä on menetelmävaiheiden yhdistelmä, jossa jokaisessa vaiheessa vältetään villakuidun vääränlainen rasitus. Esillä olevan keksinnön mukaista
- 30 viimeistysmenetelmää käyttäen saadaan valmistettu villatekstiileitä, jotka kestävät villaohjeen mukaista vesipesua vähintään 5 kertaa. Tosin on todettu, että keksinnön mukaisella menetelmällä käsitelty villatekstiilit kestivät hyvin jopa 10 tai 20 pesukertaa kutistumatta yli 3%, ja siten, että ne eivät vesipesussa olennaisesti vanuneet tai nyppyyntyneet tai tulleet karheammiksi. Mekaanisen käsittelyn jälkeen suoritettavan yhden

pesukerran todettiin edelleen parantavan villatekstiilin tuntua ja ulkonäköä. Parhaiten tämä vaikutus tuli esiin villapesussa, joka tehdään edullisesti viileällä vedellä, noin 30 °C:ssa.

- 5 Keksinnön mukaisessa menetelmässä olennaista se että, villatekstiilien pehmeys ja nyppyyntyminen hallitaan oikeanlaisella entsyymikäsittelyllä ja tekstiilin mittamuutos hallitaan oikeanlaisella prosessilla.

### **Esimerkit**

- 10 Esimerkkien kokeissa oli käytössä seuraavat koneet ja laitteet: Proteaasi- ja värjäys-käsittelyt suoritettiin avorumpukoneessa Wascator FOM 71 Special. Sisärummun halkaisija 515 mm, syvyys 335 mm, tilavuus 70 dm<sup>3</sup>. Rumpukuivausvaihe tehtiin kuivaus- ja aukilyöntikoneella LAKO KA 901, jossa on ITARA-kiertoilmajärjestelmä. Rummun sisähalkaisija 1600 mm, pituus 1350 mm, tilavuus 2700 l, kierrosnopeus 30 rpm.
- 15 Loppukuivausvaihe suoritettiin riippukuivatuksena höyrytunnelissa VEIT (tailor made system) käyttäen ainoastaan kuumailmakammioita, ts. höyrykammioissa ei ollut höyry päällä. Tunnelissa on 1 kpl höyrykammioita (steam chamber) ja 3 kpl kuumailmakammioita (air chambers). Näissä kokeissa käytettiin vain ilmakammioita, joissa on portaaton lämmönsäätö ja jotka oli säädetty huoneenlämpötilaan, 24 °C.

20

Esimerkeissä käsiteltiin villakangasta ja -neulosta, jotka oli valmistettu karstalankamenetelmällä kehrätystä 100 % hienosta merinovillalangasta, joka oli paksuudeltaan NM 2/28. Lanka oli raakavalkoista värjäysvalmiiksi käsiteltyä eli kehruun jälkeen pesty ja höyrytetty.

25

Kokeissa villatekstiilit oli leikattu 60cm x 60 cm kokoisiksi paloiksi.

30

Viimeistysten jälkeen käsitellyille villatekstiileille tehtiin mekaaniset testaukset standardimenetelmin. Käsitellyistä materiaaleista mitattiin käsittelyssä tapahtunut ja käsittelyjen jälkeisissä vesipesuissa (5 x villapesuohjelma) tapahtunut painohäviö. Se suoritettiin punnitsemalla alkuperäiset käsiteltävät materiaalikappaleet ennen käsittelyä sekä käsittelyn ja sen jälkeisen yhdistetyn rumpu- ja tunnelikuivauksen jälkeen. Vesipesuissa tapahtunut painohäviö määritettiin punnitsemalla materiaalit vastaavasti ennen pesuja ja pesujen jälkeen ja sen jälkeen laskettiin painohäviö prosentteina.

Mittamuutokset määritettiin standardin SFS 5157 (ISO 5077-1984) mukaan. Mittamuutosmäärittämisä varten materiaaalipaloihin oli merkitty 50 cm x 50 cm alue, jonka avulla mitattiin kuteen ja loimen suuntaiset mittamuutokset, jotka olivat tapahtuneet viimeis-  
 5 tyksissä sekä niiden jälkeisissä vesipesuissa.

Kudottujen kankaiden lujuusmittaukset määritettiin vetokojemenetelmällä standardin SFS 3981 (SIS 251231) mukaan.

10 Hankausslujuus määritettiin Martindale-menetelmällä standardin SFS 4328 (BS 5690:1979) mukaan.

Nyppyntymistaipumus määritettiin hankaamalla näytteitä Martindale-menetelmällä 125, 500 ja 2000 kierrosta, minkä jälkeen hangatut näytteet arvosteltiin standardin SFS 3378  
 15 mukaisen vertailuasteikon avulla koepalojen ulkonäön perusteella. Asteikolla 0...5 arvo 5 tarkoittaa pienintä nyppyntymistä.

Ulkonäkö- ja tuntuarvostelut suoritettiin paneelimittauksin. Paneeli koostui viidestä arvostelijasta, joiden antamista tuloksista laskettu keskiarvo ilmoitettiin tulokseksi. Materiaalien  
 20 ulkonäkö ja tuntu arvosteltiin asteikolla 5, 4, 3, 2 tai 1 miinusta, 0 tai 1, 2, 3, 4 tai 5 viisi plussaa. Tuntuarvostelussa arvosteltiin materiaalien pehmeyttä. Ulkonäköarvostelussa arvosteltiin visuaalisesti materiaalin pinnan siisteyttä ja tasaisuutta, silmukoiden avautumista ja silmukoiden ja silmukkavakojen kaatumista ja vinoutumista. Arvoja annettaessa vertailukohtana käytettiin alkuperäistä viimeistelemätöntä villakangasta tai neulosta.

25

### **Esimerkki 1**

Käytetty villakangas kudottiin em. langasta, sidos 1x1 palttina, neliöpaino 190 g/m<sup>2</sup>.  
 Tehtiin 21 koe-erän sarja. Koe-erän koko oli 1716 g.

30

Kokeissa käytettiin Genencorin proteaasientsyymiä (Genencor Protex Multiplus L). Esikokeissa oli käytetty muidenkin valmistajien seriiniproteaaseja, mutta näiden välillä ei havaittu merkittäviä eroja.

Proteaasia annosteltiin 0 tai 0,025 tai 0,05 tai 0,1 tai 0,2 ml/g kuivaa villatekstiiliä. 0,1 ml Genencor Protex Multiplus L proteaasia vastaa 3,5 mg proteiinia. Muita proteaaseja voitaisiin annostella vastaavasti proteiinina laskettuna grammaa kuivaa villatekstiiliä kohti.

- 5 Proteaasin valmistaja suosittelee 0,125...1 g/l. Kaikissa esimerkkien koesarjoissa kokeiltiin proteaasivalmistajien suosittelemia annostuksia, joiden annostusten todettiin olevan vahingollisia villatekstiilien lujuusominaisuuksille. Käsittelyt tehtiin liemisuhteessa 1:30, jonka esikokeissa havaittiin olevan riittävän väljä. Entsyymien valmistaja oli suositellut käyttämään pH:ta välillä 7...9,5 ja käsittely tehtiin näissä kokeissa pH:ssa 9. Toistettaessa kokeet
- 10 pH:ssa 11 todettiin villatekstiilin tunnun ja ulkonäön olevan yhtä hyvä tai parempi kuin pH:ssa 9. Proteaasikäsittelyn lämpötila oli 50 °C. Käsittelyaika oli 30 min. Käsittely tehtiin em. Avorumpukoneessa (kone 1). Koneen mekaniikka oli säädetty arvoon 2.

- Kokeiden märkäkäsittelyissä käytettiin kolmea eri mekaniikkatasoa 0, 1 ja 2. Mekaniikka 0
- 15 vastasi kierrosnopeutta 4,0 rpm, mekaniikka 1 vastasi 6,0 rpm ja mekaniikka 2 vastasi 10,0 rpm.

- Proteaasikäsittely lopetettiin inaktiivomalla entsyymi lämpötilassa 60 °C. PH säädettiin tasolle 4, 15 minuutin ajaksi. Sen jälkeen huuhdeltiin lämpötilassa 30...40 °C 10 minuutin
- 20 ajan. Tämän jälkeen lingottiin käsitellyt villamateriaalit niin, että kosteuspitoisuudeksi jäi 50...70 %, mikä vastasi tässä kokeessa 2 minuutin linkousaikaa. Tämän jälkeen koemateriaali saatettiin kuivumaan rumpukuivauksella (kone 2) 50 °C:ssa niin, että jäännöskosteudeksi jätettiin määrätty kosteuspitoisuus välillä 5...35 %. Tässä koesarjassa kokeiltiin 4 eri jäännöskosteustasoa, jotka olivat 5...10 %, 10...15 %, 15...30 % ja 30...45 %.

- 25 Taulukossa 1 on esitetty tämän koesarjan olosuhdemuuttajat (proteaasiannostus ja jäännöskosteus), proteaasikäsittelyssä tapahtunut sekä sen jälkeisissä vesipesuissa tapahtunut painohäviö. Villatekstiileistä mitattiin viimeistyksen aikana tapahtunut sekä viimeistyksen jälkeisissä vesipesuissa tapahtunut painohäviö, joka ilmoitettiin % alkuperäisestä käsittelemättömän villatekstiilin painosta. Painohäviön todettiin olevan suoraan verrannollinen proteaasikäsittelyn tehokkuuteen. Annostuksen suurentuessa painohäviö suureni vastaavasti.
- 30

Tulosten mukaan koesarjan proteaasikäsittelyissä painohäviö oli välillä 9...13 %. Jäännöskosteudella ei ollut merkitystä painohäviöön käsittelyssä eikä sen jälkeisissä pesuissa.



Käsittelyjen jälkeisissä pesuissa painohäviötä tapahtui vielä 9...20 % lisää. Painohäviömittausten perusteella edullisimmat olosuhteet olivat 0,025 ml/g...0,05 ml/g annostukset yhdistettynä rumpukuivauksen jäännöskosteuksiin 10...30 %. Näissä olosuhteissa proteaasikäsittelyssä tapahtunut painohäviö oli 9...9,5 % sekä proteaasikä-sittelyissä että

5 käsittelyn jälkeisissä pesuissa. Suuremmilla annostuksilla 0,1...0,2 ml/g painohäviö käsittelyissä oli 12...13 % tasolla ja käsittelyn jälkeisissä vesipesuissa painohäviötä tapahtui vielä 10...20 % lisää.

Mittamuutokset on esitetty taulukossa 2. Viimeistykseen aikana tapahtunut mittamuutos (1. mittamuutos) mitattiin ja ilmoitettiin % alkuperäisestä käsittelemättömästä materiaalista. 5 vesipesussa tapahtunut mittamuutos (2. mittamuutos) määritettiin ja ilmoitettiin % pesemättömästä viimeistellystä materiaalista. Viimeistykseen aikana tapahtunut villamateriaalin kutistuminen (1. mittamuutos) loimen suuntaan oli välillä 1,8 ...4,5 % ja kuteen suuntaan välillä 0...5 %. Edullisimmissa olosuhteissa (näytteet 6, 7, 10 ja 11) se oli loimen suuntaan

15 2,8...4 % ja kuteen suuntaan 0,5...2,5 %. Viiden vesipesun jälkeen viimeistelyjen materiaalien mittamuutos vaihteli koesarjassa loimen suuntaan välillä 0...1,9 % ja kuteen suuntaan 0...4,9 %. Edullisimmissa olosuhteissa (näytteet 6, 7, 10 ja 11) viimeistelyjen näytteiden mittamuutos vesipesujen jälkeen oli loimen suuntaan 0...1 %, kuteen suuntaan 0,2...0,8 %. Alkuperäisen materiaalin mittamuutos viiden vesipesun jälkeen oli kuteen

20 suuntaan 4,5 % ja loimen suuntaan 5,0 %.

Taulukossa 3 on esitetty lujuus- ja nyppyyntymismittausten tulokset. Lujuusmittausten tulosten perusteella 0,1 ml/g tai sitä suuremmilla annostuksilla käsitellyn villamateriaalin lujuusmenetys oli yli 50 % käsittelemättömään vastaavaan villamateriaaliin verrattuna.

25 Proteaasivalmistajan ohje annostukseksi on minimissään 0,125 ml/g. Kokeiden annostuksilla 0,1 ml/g lujuuden menetys oli edullisimmillakin jäännöskosteustasoilla 53 %. Annostuksilla 0,2 ml/g lujuuden menetys oli edullisimmilla jäännöskosteustasoilla 56...60 %. Annostuksella 0,05 ml/g jäännöskosteuden ollessa 15...30 % lujuuden menetys oli 20 % (näytteet 10). Annostuksella 0,025 ml/g jäännöskosteuden ollessa 10...30 %, lujuuden

30 menetys oli 14 % (näytteet 6 ja 7). Lujuuden menetys tasolle 14 % ei ole todettu vielä vaikuttavan käytännössä heikentävästi tekstiiliin. Tämän koesarjan parhaat tulokset saatiin annostuksella 0,025 ml/g kun jäännöskosteudeksi jätettiin 10...30 %. Luonnollisesti myös annostuksilla 0 ml/g eli referenssinäytteillä lujuuden menetykset olivat vähäiset, mutta

toisaalta referensseillä eivät myöskään mitatut käyttöominaisuudet (ulkonäkö ja tuntu ja nyppyyntymistaipumus) parantuneet.

- 5 Lujuusmittaukset tehtiin myös vesipesujen jälkeen. Edullisimmilla annostus- ja jäännöskosteustasoilla lujuus heikkeni vesipesuissa 10...14 % (näytteet 6, 7, 10 ja 11).

- 10 Nyppyyntymismittaustulokset on esitetty taulukossa 3. Tulosten perusteella nyppyyntymistaipumus vähenee suoraan annostuksen lisäämisen suhteessa. Annostuksilla 0,1 ml/g ja sitä suuremmilla annostuksilla nyppyyntymisarvot olivat edullisimmissa jäännöskosteuksissa kaikilla hankauskierroksilla (125, 500 ja 2000) välillä 4,0...4,7. Edullisimmissa olosuhteissa sekä annostusten että jäännöskosteuksien kannalta nyppyyntymisarvot olivat annostuksilla 0,025 ml/g välillä 3,5...4,2 ja annostuksilla 0,05 ml/g välillä 3,5...4,5. Edullisimpien viimeistysolosuhteiden nyppyyntymisarvot vastaavat villamateriaaleista valmistettujen tuotteiden ostajien yleistä laatuvaatimustasoa, joka on 3...4.

- 15 Tuntu- ja ulkonäköarvosteluiden mukaan kaikki käsitellyt näytteet olivat tunnultaan alkuperäisiä käsittelemättömiä näytteitä pehmeämpiä. Referenssit olivat käsitellyistä näytteistä vähiten pehmenneitä. Tunnultaan näyte 6 oli koesarjan pehmein eli se oli pehmennyt käsittelyissä eniten. Lisäksi näytteen 6 pehmeä tuntu oli säilynyt koesarjan parhaiten pesuissa.
- 20 Näyte 7 oli sarjan toiseksi paras tunnultaan eli se oli pehmennyt toiseksi eniten käsittelyissä, mikä tuntu oli lisäksi säilynyt pesuissa.

- 25 Näytteet 4, 8, 12, 16 ja 20, joiden mekaanisen kuivausvaiheen jäännöskosteus oli maksimi, olivat tunnultaan vain vähän referenssinäytteitä enemmän pehmenneitä samoin kuin näytteet 1, 5, 9, 13 ja 17, joiden vastaava jäännöskosteusarvo oli minimi.

- Esimerkin 1 koesarjan tulosten perusteella voitiin todeta, että mekaaninen kuivausvaihe (rumpukuivausvaihe) on välttämätön käyttöominaisuuksien parantumisen kannalta. Myös mekaanisessa kuivausvaiheessa villamateriaaliin jätettävä jäännöskosteus on tämän ko-
- 30 keen perusteella erittäin merkittävä olosuhdemuuttaja.

Esimerkin villakankaalle edullisimmissa proteaasikäsittelyn olosuhteissa (proteaasiannostus 0,0125 ml/g ja mekaanisen kuivausvaiheen jäännöskosteus 10...30 %) käsitellyt villakankaat menettivät käsittelyissä lujuudestaan maksimissaan 14 % ja kutistuivat

pesuissa loimen suuntaan maksimissaan 0,7 % ja kuteen suuntaan maksimissaan 0,8 %. Näiden näytteiden nyppyyntymisarvot olivat välillä 3,5...4,2, tuntu oli pehmennyt käsittelyissä eniten ja lisäksi pehmennyt tuntu olivat säilynyt hyvin pesuissa.

## 5 Esimerkki 2

Em. villalanka värjättiin ja värjätystä langasta valmistettiin 1/1 resorineulosta eli sileää neulosta värjättyjen neulosten proteaasikäsittelykokeita varten. Neuloksen neliöpaino oli 375 g/m<sup>2</sup>.

10

Tehtiin 10 koe-erän sarja, jolla haettiin neulosmateriaaleille sopivaa proteaasikäsittelyn annostus- ja mekaniikkatasoa. Koe-erän koko oli 600 g. Käytettiin esimerkin 1 entsyymiä. Koesarjan värjättyjen materiaalien (väri 1), näytteiden numerot olivat 30...39. Näiden kokeiden tulosten perusteella jatkettiin värjätyn neuloksen proteaasikäsittelykokeita 20 kokeen koesarjalla, jossa värjätyn materiaalin (väri 2), näytteiden numerot olivat 41...61.

15

Kokeissa olosuhdemuuttujia olivat proteaasiannostus, proteaasikäsittelyn aika, käsittelyn pH sekä mekaniikan taso. Proteaasia annosteltiin 0 tai 0,0125 tai 0,025 tai 0,125 tai 0,250 ml/g.

20

Käsittelyt tehtiin liemisuhteessa 1:30, jonka esikokeissa havaittiin olevan riittävän väljä myös neuloksille. Entsyymien valmistaja oli suositellut käyttämään pH:ta välillä 7...9,5 ja käsittely tehtiinkin näissä kokeissa pH:ssa 7 ja 9,5. Käsittelyajat olivat 15 min ja 30 min. Entsyymikäsittelyssä lämpötila oli 50 °C. Käsittely tehtiin avorumpukoneessa (kone 1).

25

Koneen mekaniikka oli 0 tai 1 tai 2.

Entsyymikäsittely lopetettiin inaktivoimalla entsyymi lämpötilassa 60 °C. pH säädettiin tasolle 4, 15 minuutin ajaksi. Sen jälkeen huuhdeltiin 30...40 asteessa 5 minuutin ajan. Sen jälkeen lingottiin niin, että villatekstiilin kosteuspitoisuudeksi jäi 50...70 %. Tämä vastasi 2 minuutin linkousta. Tämän jälkeen koemateriaali saatettiin kuivumaan rumpukuivauksella (kone 2) 50 °C:ssa niin, että jäännöskosteus jätettiin 10...30 % tasolle. Tämä jäännöskosteus oli todettu parhaiten soveltuvaksi esikokeiden perusteella. Taulukoissa 5, 6 ja 7 on esitetty koesarjan värin 1 (näyttenumerot 30...39) olosuhdemuuttujat ja mittauksen tulokset.

30

Taulukoissa 8, 9 ja 10 on esitetty koesarjan värin 2 (näytenumerot 40...61) olosuhdemuuttajat ja mittausten tulokset.

5 Taulukossa 7 on esitetty värin 1 ulkonäkö- ja tuntuarvostelut. Värin 1 koesarjan tulosten perusteella mekaniikkataso 2 oli liian voimakas aiheuttaen tuntu- ja ulkonäköarvostelun mukaan vanumista eli huopumista jo viimeistyskäsittelyissä (näytteet 35, 37 ja 39). Materiaalien vanuminen käsittelyissä vastasi mittamuutoksissa yli 10 % kutistumia.

10 Näyte 32 oli ulkonäöltään ja tunnultaan käsittelyn jälkeen paras ja lisäksi nämä ominaisuudet olivat säilyneet pesuissa parhaiten. Näyte 38 arvosteltiin käsittelyn jälkeen tunnultaan samanveroiseksi, mutta ulkonäöltään hiukan paremmaksi kuin näyte 36. Näytteissä 36 ja 38 silmukkarakenne oli käsittelyissä hiukan auennut ja silmukat olivat samalla hiukan vinoutuneet aiheuttaen neuloksen pinnan muuttumista epätasaisemmaksi käsittelemättömään neulokseen verrattuna.

15 Ulkonäkö- ja tuntuarvioiden mukaan proteaasikäsittelyjen olosuhdemuuttajista pH 9,5 oli edullisempi kuin 7 ja mekaniikka 0 edullisempi kuin mekaniikka 1.

20 Käsittelyajan lyhentäminen 30 minuutista 15 minuuttiin ja samalla annostuksen lisääminen 10-kertaiseksi (näyte 34) tai 20-kertaiseksi (näyte 33) ei aikaansaanut parempia tuloksia.

Värin 1 koesarjan mittamuutokset määritettiin kuten esimerkissä 1. 1. mittamuutos ja 2. mittamuutos on esitetty taulukoissa 5. Materiaalien vanuminen käsittelyissä näkyy yli 10 % kutistumina. 0- ja 1-mekaniikan ei vanuneissa materiaaleissa 1. mittamuutokset olivat  
25 loimen suuntaan välillä 3,3...9,3 % ja kuteen suuntaan välillä -3,1...1,0 %. 2. Mittamuutokset olivat hyvät tuntu- ja ulkonäköarvostelut saaneilla materiaaleilla loimen suuntaan välillä -0,2...1,0 % ja kuteen suuntaan välillä -1,0...0,7 %. Viimeistelelemättömät materiaalit (näytteet 30) kutistuivat vesipesujen jälkeen loimen suuntaan 5,1 % ja venyivät kuteen suuntaan 4,2 %.

30 Nyppyyntyymis- ja hankauslujuustulokset on esitetty taulukossa 6. Näitä ominaisuuksia ei mitattu käsittelyissä vanuneista materiaaleista. Hyvät ulkonäkö- ja tuntuarvostelut saaneiden näytteiden (32, 36 ja 38) nyppyyntymisarvot olivat välillä 3,0...4,5, kun vastaavat arvot viimeistelelemättömille näytteille olivat välillä 1,5...3,0. Näytteiden 32, 36 ja 38 hankauslu-

juudet heikkenivät 11,6 ...14,2 % viimeistelemättömän materiaalin hankauslujuusarvoon verrattuna. Näytteiden 33 ja 34, jotka eivät olleet saaneet hyviä ulkonäkö- ja tuntuarvosteluja, mutta eivät olleet käsittelyissä tai pesuissa myöskään vanuneet, nyppyyntymisarvot olivat välillä 2,0...4 ja hankauslujuuden menetys käsittelyissä oli 16...24 % alkuperäisen viimeistelemättömän näytteen vastaavaan arvoon verrattuna.

Tulosten perusteella todettiin, että viimeistysten jälkeiset hyvät ulkonäkö- ja tuntuarvostelut saaneilla materiaaleilla oli myös hyvin pienet mittamuutokset pesuissa. Lisäksi näiden materiaalien nyppyyntymisarvot vastasivat hyvin yleisiä laatuvaatimuksia. Myöskään näiden näytteiden hankauslujuudet eivät käsittelyissä heikenneet yli 14 % tasoa.

Värin 1 kokeiden tulosten perusteella värin 2 kokeiden mekaniikkatasoiksi valittiin 0 ja 1. Muiksi muuttujiksi valittiin käsittelyajat 15 min ja 30 min ja pH-tasot 7 ja 9,5. Annostukset olivat 0 tai 0,0125 tai 0,125 ml/g.

Värin 2 tuntu- ja ulkonäköarvostelut on esitetty taulukossa 10.

Tämän koesarjan parhaat ulkonäkö- ja tuntuarvostelut sai näyte 58, jonka tuntu oli pehmentynyt miellyttäväksi ja oli silti samalla säilynyt villamaisena. Villamainen tuntu myös säilyi pesuissa.

Näytteen 47 (pH 7) tuntu oli käsittelyn jälkeen yhtä hyvä kuin näytteen 58 (pH 9,5), mutta ulkonäkö vähän epätasaisempi.

Näytteen 50 (mekaniikka 0) ulkonäkö oli käsittelyn jälkeen parempi kuin näytteen 47 (mekaniikka 1) ja näytteen 50 parempi ulkonäkö oli säilynyt myös hyvin pesuissa.

Näyte 59 (mekaniikka 1) oli käsittelyn jälkeen epätasaisempi kuin näyte 58 (mekaniikka 0).

Näyte 60 (annostus 0,125 ml/g, mekaniikka 0) oli käsittelyn jälkeen ulkonäöltään näytteen 58 veroinen eli siisti, mutta tuntu oli muuttunut viskoosimaiseksi. Viskoosimainen tuntu säilyi muuttumattomana pesuissa.

Näyte 61 (annostus 0,125 ml/g, mekaniikka 1) oli käsittelyn jälkeen ulkonäöltään siisti, mutta tuntu oli muuttunut viskoosimaiseksi. Pesuissa viskoosimainen tuntu oli lisääntynyt. Hyvät ulkonäkö- ja tuntupisteet saaneilla oli proteaasikäsittelyn pH 7 ja mekaniikka 0.

- 5 Näytteillä, joilla oli em. pH- ja mekaniikkatason lisäksi annostus 0,0125 ml/g, käsittelyn jälkeinen villamainen tuntu samoin kuin hyvä siisti ulkonäkö säilyivät muuttumattomina pesuissa.

- 10 Taulukossa 8 on esitetty koesarjan mittamuutokset, jotka määritettiin kuten aiemmissa kokeissa. Pesuissa tapahtuneet mittamuutokset (2. mittamuutokset) olivat hyvät ulkonäkö- ja tuntuarvostelun saaneilla näytteillä loimen suuntaan välillä  $-1,0...1,2$  % ja kuteen suuntaan välillä  $-0,6...0,3$  %. Vesipesuissa tapahtuneet yli 3 % mittamuutokset olivat sekä viimeistelemättömillä materiaaleilla (näytteet 52) että referensseillä (näytteet 44, 45, 46 ja 51).

- 15 Muiden kuin hyvät tuntu- ja ulkonäköpisteet saaneiden näytteiden ja viimeistelemättömien sekä referenssien mittapysyvyys vesipesuissa oli välillä  $-2,1...2,9$  %.

- 20 Värin 2 hankauslujuus ja nyppyyntymistulokset on esitetty taulukossa 9. Hankauslujuus oli heikentynyt annostusten suhteessa niin, että mitä suurempi annostus sitä enemmän hankauslujuus oli heikentynyt. Samoilla proteaasikäsittelyn annostuksilla käsittelyn mekaniikan lisääntyessä myös hankauslujuus heikkeni vastaavasti enemmän. Samoissa olosuhteissa ajan lisääminen vaikutti myös heikentävästi hankauslujuuteen. Ulkonäkö- ja tuntuarvosteluissa plussia saaneiden näytteiden viimeistelyssä tapahtuneet hankauslujuuksien muutokset olivat välillä  $8...20$  %. Referenssillä hankauslujuus oli heikentynyt alle 1 %.

- 25 Näytteillä, joilla proteaasikäsittelyn annostus oli 0,0125 ml/g, hankauslujuus oli käsitte-lyissä heikentynyt  $5,5...12$  %. Näytteillä, joilla proteaasikäsittelyn annostus oli 0,125 ml/g, hankauslujuus oli heikentynyt  $14...21,3$  %.

- 30 Parhaat ulkonäkö- ja tuntuarvostelut saaneella näytteellä (58) hankauslujuus oli alentunut  $10,7$  %.

Nyppyyntymistulosten perusteella ulkonäkö- ja tuntuarvosteluissa vähintään 2 plussaa saaneilla näytteillä nyppyyntymistulokset olivat välillä 3...5. Yhden plussan saaneiden näytteiden nyppyyntymisarvot vaihtelivat välillä 2,5...4 ja referensseillä ne olivat välillä 1,5...3. Käsitlemättömän näytteiden nyppyyntymisarvot jäivät välille 1...3.

5

### Esimerkki 3

Näissä kokeissa käytettiin esimerkkien alussa kuvattua raakavalkoista villaneulosta 1/1 resori, neliöpaino oli 430 g/m<sup>2</sup>, jolle tehtiin yhdistetyt proteaasi- ja värjäyskäsittelyt.

10

Tehtiin 16 kokeen sarja. Koe-erän koko oli 300 g. Olosuhdemuuttujat olivat väri, proteaasikäsittelyn annostus ja pH, aika ja mekaniikka. Proteaasia annosteltiin 0 tai 0,0125 tai 0,125 tai 0,25 ml/g. pH-taso oli 7 tai 9,5. Mekaniikka oli 0 tai 1.

15 Proteaasikäsittelyt tehtiin joko ennen värjäyskäsittelyä tai värjäyskäsittelyn jälkeen. Proteaasikäsittelyt tehtiin liemisuhteessa 1:30. pH oli 7 tai 9,5. Käsittelyaika oli pH 7:ssä 15 min ja pH. 9,5:ssä 30 min. Entsyymikäsittelyssä lämpötila oli 50 °C. Käsittely tehtiin em. avorumpukoneessa (kone 1). Koneen mekaniikka oli 0 tai 1.

20 Entsyymikäsittely lopetettiin inaktivoimalla entsyymi lämpötilassa 60 °C säätämällä pH tasolle 4, 15 minuutin ajaksi. Sen jälkeen huuhdeltiin 5 minuutin ajan 30...40 °C:ssa. Tämän jälkeen vaihdettiin liemi, minkä jälkeen suoritettiin värjäysvaihe normaalilla villatekstiilin värjäysmenetelmällä, pH-tasolla 4...5 lämpötilassa 90 °C, fikseerausajan vaihdellessa välillä 20...30 minuuttia riippuen värisävystä. Sen jälkeen huuhdeltiin 5 minuutin ajan 40 °C:ssa. Tämän jälkeen jatkettiin edellisten proteaasikäsittelyjen mukaisella linkouksella ja kuivausmenetelmillä. Näin tehtiin ns. entsyymi+värjäyskokeet, näytteet 64, 66, 25 77, 78, 79, 80 ja 81.

30 Ns. värjäys+entsyymikokeissa 62, 63 ja 65 tehtiin ensin em. värjäyskäsittely, jota seurasi proteaasikäsittely niin, että värjäyksen jälkeen jäähdytettiin käsittelyliemi 50 °C:een ja sen jälkeen vaihdettiin uusi liemi, jossa suoritettiin aiemmissa kokeissa kuvattu proteaasikäsittely linkous- ja kuivausvaiheineen.

Lisäksi tehtiin ns. entsyymi+kuivaus+värjäyskokeet, näytteet 67, 68, 69 ja 70. Ensin tehtiin proteaasikäsittely kuten tämän sarjan ensimmäisissä kokeissa kuvattiin. Sen jälkeen suoritettiin linkous ja kuivausmenetelmän rumpukuivausvaihe niin, että villatekstiilin jäännöskosteudeksi jätettiin 10...35 %. Tämän jälkeen tehtiin värjäyskäsittely kuten tämän sarjan ensimmäisissä kokeissa kuvattiin. Värjäyksen jälkeen lingottiin ja kuivattiin kuten aiempien kokeiden proteaasikäsittelyjen jälkeen.

Mittamuutokset määritettiin kuten aikaisemmissakin kokeissa ja tulokset on esitetty taulukossa 10. Pesujen jälkeiset eli 2. mittamuutokset olivat referensseillä (puskurilla käsitellyt ja värjätyt materiaalit) loimen suuntaan välillä 3,7...4,5 %, kuteen suuntaan välillä – 3,6...4,2%. Proteaasikäsitellyillä värjätyillä näytteillä pesujen jälkeiset mitta-muutokset pysyivät hyvin pieninä, eli olivat loimen suuntaan välillä 0,6...1,8 % ja kuteen suuntaan välillä –2,0...0,5 %.

Mekaanisen kuivausvaiheen lisäämisen proteaasikäsitteilyn ja värjäysvaiheen välissä ei todettu aikaansaavan parannuksia mekaanisiin mittaustuloksiin. Nämä näytteet (67, 68, 69 ja 70) saivat myös tuntu- ja ulkonäköarvosteluissa vain keskivertopisteet.

Käsittelyjen jälkeiset parhaat ulkonäkö- ja tuntuarvostelut saivat näytteet 78 ja 79, joilla oli miellyttävin pehmein tuntu ja samalla ryhdikäs olemus ja nämä ominaisuudet säilyivät parhaiten pesuissa. Näyte 78 arvosteltiin koko sarjan parhaaksi tunnultaan. Näytteillä 78 annostus oli 0,0125 ml/g, jolla annostuksella hankauslujuus ei heikennyt yli 10 %. Näytteillä 79 annostus oli 0,125 ml/g, jolla annostuksella hankauslujuus heikkeni käsittelyissä 14...21 %. Hankauslujuuden heikkeneminen yli 20 % on todettu olevan haitallista. Näyte 80 arvosteltiin ulkonäöltään siistiksi mutta villamaisen tuntunsa menettäneeksi.

Kun värjäyskäsittelyn mekaniikka oli tasolla 0, saatiin aikaan epätasainen värjäystulos (näytteet 62). Koska tasaisen värjäystuloksen aikaansaaminen vaati mekaniikkatasoksi vähintään 1, koesarjassa kokeiltiin 1-mekaniikalla tehtävää värjäystä edeltävän proteaasikäsitteilyn mekaniikkatasoiksi arvoja 0 ja 1. Mittaustuloksia verrattaessa voitiin todeta, että tuloksissa oli merkittäviä eroja vain tuntu- ja ulkonäköarvosteluissa. Tuntu- ja ulkonäköarvosteluiden perusteella ne näytteet, joille oli tehty värjäyskäsittelyä edeltävä proteaasikäsitteily mekaniikkatasolla 0, saivat parhaat tuntu- ja ulkonäköarvostelut.



Myös ne näytteet, joille proteaasikäsittelyt oli tehty ennen värjäyskäsittelyä, joko välikui-  
vausvaiheen kanssa tai ilman, olivat värisävyiltään kirkkaampia ja syvempiä verrattuna  
niihin näytteisiin, joille proteaasikäsittelyt oli tehty värjäyksen jälkeen.

- 5 Esimerkin 3 koesarjojen tulosten perusteella voitiin siis todeta, että proteaasikäsittely on  
edullista tehdä samassa märkäprosessissa värjäyskäsittelyn kanssa ennen värjäysvaihetta.  
Proteaasikäsittelyn edullisimmat olosuhteet ovat yhtenevät samalle materiaalille riippu-  
matta siitä, onko materiaali lankavärjätty tai värjätäänkö materiaali proteaasikäsittelyn  
kanssa samassa märkäprosessissa.

# TAULUKKO 1

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 1-21

Materiaali: 100 % karstalanlavillakangas, 1x1 palttina, 190 g/m<sup>2</sup>, raakavalk.

1) eränkoko  
2) liemisuhte  
3) lämpötila  
4) pH  
5) aika  
6) mekaniikka

1716 g kuivaa villamateriaalia  
1:30  
50°C  
9  
30 min  
2

Painohäviö

näytteen nro	annos ml/g	jäännöskosteus %	1		2	
			painohäviö		painohäviö	
			proteaasikäsittelyssä (%)		pesuissa (%)	
1	0	5,5	3,6		10,9	
2	0	12,9	3,1		10,6	
3	0	17,7	2,7		11,0	
4	0	37,8	3,4		10,7	
5	0,025	7,7	9,0		20,8	
6	0,025	15,0	9,3		9,3	
7	0,025	30,6	9,0		9,4	
8	0,025	54,5	9,0		9,9	
9	0,05	10,2	9,4		10,0	
10	0,05	13,3	9,6		9,5	
11	0,05	32,1	9,4		9,4	
12	0,05	49,6	9,8		9,2	
13	0,1	11,8	12,5		10,2	
14	0,1	14,3	11,6		10,5	
15	0,1	28,8	12,0		10,0	
16	0,1	40,2	11,2		9,5	
17	0,2	12,2	12,9		20,6	
18	0,2	15,7	12,7		10,3	
19	0,2	27,5	12,5		20,1	
20	0,2	44,7	13,1		20,0	
21	0	0,0	0,0		0,0	

## TAULUKKO 2

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

1716 g kuivaa villamateriaalia  
 1) eränkoko 1:30  
 2) liemisuhte 50°C  
 3) lämpötila 9  
 4) pH 30 min  
 5) aika 2  
 6) mekaniikka

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 1-21

Materiaali: 100 % karstalan kavilakangas,  
 1x1 palttina, 190 g/m<sup>2</sup>, raakavalk.

Mittamuutos

näytteen nro	annos ml/g	jäähennöskosteus %	3		4		5		6	
			mittamuutos, loimi	proteaasikäsittelyssä (%)	mittamuutos, kude	proteaasikäsittelyssä (%)	mittamuutos, loimi	vesipesuissa (%)	mittamuutos, kude	vesipesuissa (%)
1	0	5,5	2,5		5,0		1,3		-0,2	
2	0	12,9	2,8		4,3		0,5		0,0	
3	0	17,7	2,0		2,8		1,3		1,0	
4	0	37,8	4,0		3,0		-0,7		0,0	
5	0,025	7,7	2,5		1,8		0,0		1,5	
6	0,025	15,0	2,8		0,5		0,7		0,8	
7	0,025	30,6	4,0		1,3		0,0		0,5	
8	0,025	54,5	3,8		0,5		1,0		0,3	
9	0,05	10,2	4,8		3,0		0,2		0,3	
10	0,05	13,3	3,8		2,3		1,0		0,2	
11	0,05	32,1	3,0		2,5		0,0		-0,2	
12	0,05	49,6	3,3		0,0		0,5		0,0	
13	0,1	11,8	4,0		2,0		-0,2		-0,5	
14	0,1	14,3	3,0		1,0		1,3		1,0	
15	0,1	28,8	3,0		2,5		1,3		-0,7	
16	0,1	40,2	1,8		0,5		0,7		0,8	
17	0,2	12,2	4,5		3,8		0,3		-1,0	
18	0,2	15,7	3,0		2,5		1,9		0,0	
19	0,2	27,5	3,0		2,5		0,3		0,8	
20	0,2	44,7	4,5		2,3		-1,0		-4,9	
21	0	0,0	0,0		0,0		4,5		5,0	

## TAULUKKO 3

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1716 g kuivaa villamateriaalia
- 1) eränkoko 1:30  
2) liemisuhte 50°C  
3) lämpötila 9  
4) pH 30 min  
5) aika 2  
6) mekaniikka

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 1-21

Materiaali: 100 % karstalanlavillakangas,  
1x1 palttina, 190 g/m<sup>2</sup>, raakavalk.

Lujuus ja nyppyyntyminen

näytteen nro	annos ml/g	jäätännöskosteus %	3 lujuuden muutos (%) käsitellyssä	4 lujuuden menetys pesuissa (%)	5 nyppyyntyminen		
					125	500	2 000
1	0	5,5	3,8	-	3,3	2,0	2,0
2	0	12,9	6,6	12,5	3,3	2,3	1,8
3	0	17,7	6,3	16,3	3,5	2,8	1,8
4	0	37,8	3,8	-	3,5	2,8	1,5
5	0,025	7,7	25,5	-	3,8	2,5	2,8
6	0,025	15,0	14,3	14,4	4,0	3,5	3,5
7	0,025	30,6	14,7	10,0	4,2	3,8	3,5
8	0,025	54,5	26,2	-	3,8	2,5	2,5
9	0,05	10,2	30,0	-	3,5	2,3	3,3
10	0,05	13,3	20,9	14,2	4,3	4,0	3,5
11	0,05	32,1	24,7	14,4	4,5	3,8	3,5
12	0,05	49,6	26,2	-	3,8	2,5	3,3
13	0,1	11,8	51,3	-	4,0	3,5	3,8
14	0,1	14,3	52,6	-	4,0	4,5	4,0
15	0,1	28,8	53,4	-	4,3	4,3	4,0
16	0,1	40,2	48,9	-	4,3	3,5	4,0
17	0,2	12,2	58,7	-	4,5	3,8	4,0
18	0,2	15,7	60,2	0,0	4,3	4,1	4,3
19	0,2	27,5	55,7	16,3	4,7	4,0	4,0
20	0,2	44,7	64,9	-	4,3	4,0	4,5
21	0	0,0	0,0	-	2,8	2,0	1,75

# TAULUKKO 4

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) eränkoko 1716 g
- 2) liemisuhte 1:30
- 3) lämpötila 50°C
- 4) pH 9
- 5) aika 30 min
- 6) mekaniikka 2

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 1-21

Materiaali: 100 % villakangas, karstalanka  
1x1 palttina, 190 g/m<sup>2</sup>, raakavalk.

Ulkonäkö ja tuntu

näytteen nro	ulkonäkö ja tuntu
1	0
2	0
3	0
4	+
5	+
6	+++++
7	++++
8	+
9	+
10	++
11	++
12	+
13	+
14	++
15	++
16	+
17	+
18	++
19	++
20	+
21	0

## TAULUKKO 5

## Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Testinumerot: 30 - 39

Materiaali: E, 100 % villa, karstalanka, sileä neulos, väri 1 sireeni, 375 g/m<sup>2</sup>

## Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) erän koko: 600 g  
 2) liemisuhte: 1:30  
 3) lämpötila: 50°C  
 runpukuivauksen lämpötila: 50°C  
 runpukuivauksen jäännöskosteus: 10-30 %

## 1. Mittamuutos

- 3= mittamuutos loimen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)  
 4= mittamuutos kuteen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)

## 2. Mittamuutos

- 5= mittamuutos loimen suuntaan vesipesuissa (%)  
 6= mittamuutos kuteen suuntaan vesipesuissa (%)

## Mittamuutos

näytteen nro	annos ml/g	pH	min	mek.	3	4	5	6
30	-	-	-	-	loimi	kude	loimi	kude
32	0,0125	7	30	0	3,3	-3,0	1,0	-1,0
33	0,25	9,5	15	0	5,5	1,0	-1,0	0,2
34	0,125	9,5	15	0	4,0	-2,0	0,9	0,1
35 *)	0,025	9,5	30	2	11,7	0,7	-4,5	0,7
36	0,0125	7	30	1	9,3	-3,1	-0,2	0,7
37 *)	0,0125	7	30	2	17,8	6,2	-4,6	0,4
38	0,0125	9,5	30	1	8,4	-2,2	-0,2	-0,3
39 *)	0,0125	9,5	30	2	16,6	3,1	-4,2	-0,4

\*) huopuivat proteaasikäsittelyissä

## TAULUKKO 6

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Testinumerot: 30 - 38

Materiaali: E, 100 % villa, karstalankea, sileä neulos, väri 1 sireeni, 375 g/m<sup>2</sup>

Proteasikäsittelyn olosuhteet:

1) erän koko: 600 g

2) liemisuhte: 1:30

3) lämpötila: 50°C

rumpukuivauksen lämpötila: 50°C

rumpukuivauksen jäännöskosteus: 10-30 %

Hankauslujuus ja nyppyntyminen

						7			8		9	
näytteen nro	annos ml/g	pH	min	mek.	nyppyntyminen			hankauslujuus kierrosta	hankauslujuus % alkup			
					125	500	2000					
30	-	-	-	-	3,0	2,0	1,5	56 000	0,0			
32	0,0125	7	30	0	4,5	3,0	3,0	49 500	11,6			
33	0,25	9,5	15	0	4,0	3,0	2,0	42 500	24,1			
34	0,125	9,5	15	0	3,5	3,0	2,0	47 000	16,1			
36	0,0125	7	30	1	4,5	3,5	3,0	48 100	14,1			
38	0,0125	9,5	30	1	4,3	3,6	3,1	48 000	14,3			

# TAULUKKO 7

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 30 - 39

Materiaali: E, 100 % villa, karstalanka, sileä neulos, väri 1 sireeni, 375 g/m<sup>2</sup>

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) erän koko: 600 g
- 2) liemisuhte: 1:30
- 3) lämpötila: 50°C
- runpukuivauksen lämpötila: 50°C
- runpukuivauksen jäännöskosteus: 10-30 %

Ulkonäkö ja tuntu

näytteen nro	ulkonäkö ja tuntu
30	-
32	+++++
33	+
34	+
35	---
36	++
37	---
38	+++
39	---



TAULUKKO 8

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Testinumerot: 40-52, 58-61

Materiaali: G, 100 % villa, karstalanka, sileä neulos, väri 2 petrooli, 375 g/m<sup>2</sup>

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) erän koko: 600 g
- 2) liemisuhte: 1:30
- 3) lämpötila: 50°C
- rumpukuivauksen lämpötila: 50°C
- rumpukuivauksen jäännöskosteus: 10-30 %

- 1. Mittamuutos
- 3= mittamuutos loimen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)
- 4= mittamuutos kuteen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)
- 2. Mittamuutos
- 5= mittamuutos loimen suuntaan vesipesuissa (%)
- 6= mittamuutos kuteen suuntaan vesipesuissa (%)

Mittamuutos

näytteen nro	annos ml/g	pH	min	mek.	3	4	5	6
40	0,0125	7	15	0	loimi -2,1	kude 1,7	loimi -2,1	kude 1,2
41	0,0125	7	15	1	6,8	-1,6	-0,8	0,9
42	0,125	7	15	0	5,4	1,5	-1,0	-0,6
43	0,125	7	15	1	6,3	0,5	2,9	-1,6
44	0	7	15	0	4,9	2,5	3,8	0,0
45	0	7	15	1	7,0	-2,2	3,6	0,6
46	0	7	30	0	4,6	2,0	3,0	-3,6
47	0,0125	7	30	1	7,9	-0,2	2,2	-0,1
48	0,125	7	30	0	2,8	0,2	-0,2	0,3
49	0,125	7	30	1	8,3	1,5	1,6	-1,1
50	0,0125	7	30	0	3,9	2,9	1,2	-0,2
51	0	7	30	1	7,1	2,2	3,2	-3,0
52	-	-	-	-	-	-	4,1	3,1
58	0,0125	9,5	30	0	-0,8	5,3	0,0	1,1
59	0,0125	9,5	30	1	1,3	6,8	1,3	2,1
60	0,125	9,5	30	0	3,7	-0,9	-1,0	2,5
61	0,125	9,5	30	1	4,2	1,8	1,7	-0,1

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Testinumerot: 40-52, 58-61

Materiaali: G, 100 % villa, karstalanaka, sileä neulos, väri 2 petrooli, 375 g/m<sup>2</sup>

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) erän koko: 600 g
- 2) liemisuhte: 1:30
- 3) lämpötila: 50°C
- runpukuivauksen lämpötila: 50°C
- runpukuivauksen jäännöskoste: 10-30 %

Hankauslujuus ja nyppyntyminen

näytteen nro	annos ml/g	pH	min	mek.	7 nyppyntyminen			8		9	
					125	500	2000	hankauslujuus		hankauslujuus	
								kierrosta		% alkup	
40	0,0125	7	15	0	4,0	3,0	2,0	52 900		5,5	
41	0,0125	7	15	1	4,5	3,5	3,0	50 900		9,1	
42	0,125	7	15	0	5,0	4,0	3,5	48 150		14,0	
43	0,125	7	15	1	4,5	3,0	3,0	46 000		17,9	
44	0	7	15	0	4,0	3,0	2,5	51 600		7,9	
45	0	7	15	1	4,5	3,5	2,5	52 050		7,1	
46	0	7	30	0	4,0	2,5	2,0	52 150		6,9	
47	0,0125	7	30	1	4,5	3,5	3,0	48 900		12,7	
48	0,125	7	30	0	4,5	3,5	3,0	48 100		14,1	
49	0,125	7	30	1	4,0	3,0	3,0	44 050		21,3	
50	0,0125	7	30	0	4,0	3,0	3,0	51 500		8,0	
51	0	7	30	1	3,0	2,0	1,5	55 500		0,9	
52	-	-	-	-	3,0	2,0	1,0	56 000		0,0	
58	0,0125	9,5	30	0	4,5	3,5	3,0	50 000		10,7	
59	0,0125	9,5	30	1	4,5	3,5	3,0	49 000		12,5	
60	0,125	9,5	30	0	4,0	3,0	2,5	47 000		16,1	
61	0,125	9,5	30	1	4,0	3,5	2,5	44 800		20,0	

## Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

## TAULUKKO 10

Testinumerot: 40-52, 58-61

Materiaali: G, 100 % villa, karstalanka, sileä neulos, väri 2 petrooli, 375 g/m<sup>2</sup>

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

1) erän koko:

2) liemisuhte:

3) lämpötila:

rumpukuivauksen lämpötila:

rumpukuivauksen jäännöskosteus:

Ulkonäkö ja tuntu

näytteen nro	ulkonäkö ja tuntu
40	+
41	+
42	++
43	+
44	-
45	-
46	-
47	+++
48	++
49	+
50	++++
51	-
52	-
58	+++++
59	+++
60	++
61	+

Villan biotekninen viimeistysmenetelmä

Kokeet: 62-70, 77-81

Materiaali: H, 100 % villaneulos, karstalanka, 1x1 resori, 430 g/m2

Proteaasikäsittelyn olosuhteet:

- 1) erän koko: 600 g  
 2) liemisuhte: 1:30  
 50°C  
 3) lämpötila: 50°C  
 runpukuivauksen lämpötila:  
 runpukuivauksen jäännöskosteus: 10-30 %

1. Mittamuutos  
 3= mittamuutos loimen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)  
 4= mittamuutos kuteen suuntaan proteaasikäsittelyssä (%)  
 2. Mittamuutos  
 5= mittamuutos loimen suuntaan vesipesuissa (%)  
 6= mittamuutos kuteen suuntaan vesipesuissa (%)

Mittamuutos

näytteen nro	annos ml/g	pH	min	ents. mek.	värj. mek.	3	4	5	6
62	0	7	15	0	0	0,9	4,0	3,7	-2,9
63	0	7	15	1	1	4,7	4,0	3,8	4,2
64	0,0125	9,5	30	1	1	3,8	6,6	1,0	-0,2
65	0,0125	9,5	30	1	1	6	5,7	0,1	-0,7
66	0	9,5	30	1	1	7,8	6,0	4,5	-3,6
67	0,0125	9,5	30	1	1	6,3	5,3	0,0	-0,3
68	0,0125	9,5	30	1	1	6,6	6,0	1,1	-0,9
69	0,0125	9,5	30	1	1	7,2	4,7	1,4	-0,3
70	0,0125	9,5	30	1	1	6,3	6,5	1,6	-0,7
77	0,0125	9,5	30	1	1	6,5	3,4	1,3	-1,0
78	0,0125	9,5	30	0	1	4,2	4,8	1,7	-0,4
79	0,125	9,5	30	0	1	4,2	3,1	0,9	-0,6
80	0,25	9,5	30	0	1	2,9	4,5	0,6	0,0
81	0,0125	9,5	30	1	1	4,4	3,9	1,3	0,5

**Patenttivaatimukset:**

1. Menetelmä villatekstiilien käsittelemiseksi, t u n n e t t u siitä, että menetelmä käsittää seuraavat vaiheet:
- 5 - saatetaan villatekstiili kosketuksiin vesiliuoksessa proteaasientsyymien kanssa väljässä vedessä siten, että villatekstiiliä liikutetaan mahdollisimman vähän tai ei lainkaan lämpötilassa noin 60 °C tai tämän alle, 10 – 90 min,
- inaktivoidaan entsyymi nostamalla lämpötilaa yli noin 60 °C:een,
- saatetaan villatekstiili kuivumaan mekaanisella kuivauksella noin 60 °C:een lämpötilassa
- 10 tai tämän alle jäännöskosteuteen 10 - 45 %, ja
- tehdään loppukuivaus ilman mekaniikkaa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasikäsittely tehdään neutraaleissa tai alkalisissa oloissa, edullisesti pH:ssa, joka on välillä pH 6 - 11.
- 15 3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasi on seriiniproteaasia.
4. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että
- 20 proteaasikäsittelyn aikana mekaniikka on säädetty 4 - 10 rpm:ään, edullisesti 4 - 6 rpm:ään.
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasikäsittelyn aikana kuivan villatekstiilin painon suhde veteen on välillä 1/10 - 1/40, edullisesti 1/20 - 1/40.
- 25 6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasikäsittelyn aikana lämpötila on 35 - 55 °C, edullisesti 40 - 50 °C.
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että
- 30 villatekstiili on neulos.
8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasia käytetään proteiiniksi laskettuna alle 8 mg/g, edullisesti alle 4,4 mg/g kuivaa neulosta.

9. Patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasi-käsittelyaika on 15 – 60, edullisesti 15 - 30 min.

5 10. Jonkin patenttivaatimuksen 1 – 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että villatekstiili on kangas.

11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasia käytetään proteiiniksi laskettuna alle 35 mg/g, edullisesti alle 17,5 mg/g kuivaa kangasta.

10 12. Patenttivaatimuksen 10 tai 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että proteaasi-käsittelyaika on 15 – 60 min, edullisesti 15 - 45 min.

13. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ennen mekaanista kuivausta villatekstiilin kosteuspitoisuus saatetaan 50 - 70 %:iin  
15 linkouksen avulla.

14. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mekaaninen kuivaus tehdään jäännöskosteuteen 10 - 30 %.

20 15. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että patenttivaatimuksen 1 märkäprosessin yhteydessä suoritetaan värjäys.

16. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että loppukuivaus suoritetaan riippu- tai tasokuivauksena, edullisesti huoneen lämpötilassa.

25

17. Jonkin patenttivaatimuksen 1 – 16 mukaisella menetelmällä valmistettu villatekstiili, t u n n e t t u siitä, että villatekstiili kestää vähintään 5 villaohjeen mukaista pesua siten, että kutistuvuus on alle 3 % eikä olennaista nyppyyntymisen ja/tai vanumisen lisääntymistä tapahdu.

30

## Tiivistelmä

Esillä oleva keksintö koskee menetelmää villatekstiilien viimeistelemiseksi. Menetelmän mukaisesti villatekstiili saatetaan kosketuksiin vesiliuoksessa proteaasientsyymien kanssa väljässä vedessä siten, että villatekstiiliä liikutetaan mahdollisimman vähän tai ei lainkaan lämpötilassa noin 60 °C tai tämän alle, 10 – 90 min. Entsyymi inaktivoidaan ja villatekstiili saatetaan kuivumaan mekaanisella kuivauksella noin 60 °C:een lämpötilassa tai tämän alle jäännöskosteuteen 10 - 45 %, ja loppukuivaus tehdään ilman mekaniikkaa.